

20. 7. 2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

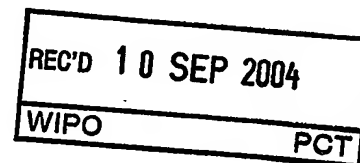
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年12月 5日

出願番号  
Application Number: 特願2003-408325  
[ST. 10/C]: [JP2003-408325]

出願人  
Applicant(s): 鐘淵化学工業株式会社



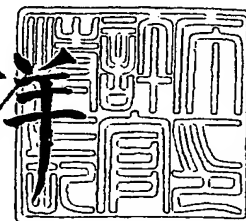
BEST AVAILABLE COPY

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 8月27日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川 洋



出証番号 出証特2004-3076797

【書類名】 特許願  
【整理番号】 B030414  
【提出日】 平成15年12月 5日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 D01F 6/92  
【発明者】  
    【住所又は居所】 大阪府摂津市鳥飼西 5 - 2 - 2 3  
    【氏名】 新林 寛之  
【発明者】  
    【住所又は居所】 兵庫県明石市魚住町西岡 4 3 1 - 3  
    【氏名】 志賀 豊彦  
【発明者】  
    【住所又は居所】 兵庫県高砂市米田町塩市 2 0 - 1 2  
    【氏名】 増田 敏幸  
【特許出願人】  
    【識別番号】 0000000941  
    【氏名又は名称】 鐘淵化学工業株式会社  
    【代表者】 武田 正利  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 005027  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

ポリアルキレンテレフタレート、ポリオレフィン、ポリアミドよりなる群から選択される少なくとも一種の熱可塑性樹脂 (A) 100 重量部に対し、(B) 成分である臭素含有および/またはリン含有難燃剤 2～30 重量部を溶融混練して得られる繊維に (C) 成分である親水性繊維処理剤を付着してなる人工毛髪繊維。

**【請求項 2】**

(B) 成分が、脂環式臭素化合物、芳香族臭素化合物、臭素化ジフェニルエーテル類、臭素化フェノール類またはその誘導体、臭素化エポキシ類、臭素化イミド化合物、含臭素化合物のオリゴマー、臭素化ポリスチレン、臭素化ポリフェニレンオキシド、ポリ(ペンタプロモベンジル)アクリレートおよび縮合リン酸エステル系化合物よりなる群から選択される少なくとも一種である請求項 1 記載の人工毛髪繊維。

**【請求項 3】**

(C) 成分が、ポリエーテル系化合物、脂肪酸エステル系化合物、有機アミン、有機アミド、有機脂肪酸エステル、有機アミン塩、有機アンモニウム塩、有機ピリジウム塩、有機アンモニウム塩、有機ピリジニウム塩、有機ピコリニウム塩、有機脂肪酸塩、ロジン酸塩、有機スルホン酸塩、有機コハク酸エステル塩、有機コハク酸モノエステル塩、有機カルボン酸塩、有機硫酸エステル塩、有機リン酸エステル塩よりなる群から選択される少なくとも一種である請求項 1 および請求項 2 記載の人工毛髪繊維。

**【請求項 4】**

(C) 成分が、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル、ポリオキシアルキレンアリールエーテル、これらのランダム共重合ポリエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルアリールエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエステル、ポリオキシアルキレンアルケニルエステル、ポリオキシアルキレンアルキルアリールエステルよりなる群から選択される少なくとも一種である請求項 1、請求項 2 および、請求項 1 および請求項 2 記載の人工毛髪繊維。

**【請求項 5】**

(C) 成分が、エチレンオキサイド-プロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル(分子量 MW 15000～50000)、ポリエチレンオキサイド(分子量 100～1000)、ポリプロピレンオキサイド(分子量 100～1000)よりなる群から選択される少なくとも一種である請求項 1 および請求項 2 記載の人工毛髪繊維。

**【請求項 6】**

(C) 成分が、繊維に対し重量比で 0.01%～1% になるように付着させた、請求項 5 および請求項 1～請求項 5 のいずれかに記載の人工毛髪繊維。

【書類名】明細書

【発明の名称】人工毛髪繊維

【技術分野】

【0001】

本発明は、滑り触感、櫛通り性、帯電防止性、難燃性の優れた人工毛髪繊維に関するものである。

【背景技術】

【0002】

かつらやヘアーウィッグ等に用いる人工毛髪として種々の合成繊維のフィラメントが用いられている。そして、このような人工毛髪用の合成繊維フィラメントの材料としては、塩化ビニル、モダアクリル、ポリエステル、ナイロン等が広く用いられている。ポリエステル繊維、ポリプロピレン繊維、ポリアミド繊維等は、そのまま人工毛髪として使用すると難燃性が不十分である。

【0003】

これらの合成繊維の難燃性を向上させようとする試みは種々なされており、例えばポリエステル樹脂にリン原子を含有する難燃モノマーを共重合する方法や、ポリエステル繊維に難燃剤を含有させる方法などが知られている。前者の難燃モノマーを共重合する方法としては、例えば、リン原子が環員子となっていて熱安定性の良好なリン化合物を共重合する方法、また、カルボキシホスフィン酸を共重合する方法、ポリアリレートを含むポリエステルにリン化合物を配合又は共重合する方法が提案されている。一方、後者の難燃剤を含有させる方法としては、微粒子のハロゲン化シクロアルカン化合物をポリエステル繊維に含有させる方法、また、臭素原子含有アルキルシクロヘキサンを含有させる方法などが提案されている。

【0004】

これらの難燃化技術を人工毛髪に適用したものとしては、例えば、リン化合物を共重合したポリエステル繊維が提案されている。しかしながら、人工毛髪には高い耐燃性が要求されるため、これらの共重合ポリエステルを人工毛髪に使用するためにはその共重合量を多くしなければならず、その結果、ポリエステルの耐熱性が大幅に低下し、熔融紡糸が困難になったり、火炎が接近した場合、着火し燃焼はしないが、熔融しドリップするという問題が発生する。

【0005】

一方、ポリエステル繊維に難燃剤を含有させる方法では、十分な難燃性を得るために、含有処理温度を150℃以上の高温にすることが必要であったり、含有処理時間を長時間にする必要があったり、又は大量の難燃剤を使用しなければならないといった課題があり、繊維物性の低下や生産性の低下、製造コストアップなどの問題が発生する。

【0006】

こういった難燃性・非難燃性の合成繊維に柔軟性、滑り触感等を付与するために、種々のシリコン系仕上剤が提供されてきた。例えば、柔軟性、防しわ性、弾力と圧縮回復性を付与するため、ジメチルポリシロキサン、メチル水素ポリシロキサン、両末端水酸基ジメチルポリシロキサン、ビニル基含有オルガノポリシロキサン、エポキシ基含有オルガノポリシロキサン、アミノ基含有オルガノポリシロキサン、エステル基含有オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン含有オルガノポリシロキサン等である。また、アルコキシシランの組合せ及び／またはポリアクリルアミド樹脂や触媒からなる処理剤等が知られていた。

【0007】

例えば、1分子当り少なくとも2個のエポキシ基を含有するオルガノポリシロキサンとアミノ基を含有するオルガノポリシロキサンからなる処理剤、両末端水酸基オルガノポリシロキサン、1分子中にアミノ基とアルコキシ基を含有するオルガノポリシロキサン、及び／または、その部分加水分解物および縮合物からなる処理剤（特許文献1）による方法が開示されている。

## 【0008】

また、エポキシ基を含有するオルガノポリシロキサンとアミノアルキルトリアルコキシシランからなる処理剤（特許文献2，3）が、1分子中にアミノ基2個以上を含有する両末端トリオルガノシロキシ基ジオルガノポリシロキサン（特許文献4）が記載されている。その他にも、1分子中に2個以上アミノ基を含有するアミノポリシロキサンとアミノ基、エポキシ基等の反応性基を1個以上含有するアルコキシシランからなる処理剤（特許文献5）による方法が提案されている。

## 【0009】

更に、1分子中に少なくとも2個以上のアミノ基を含有するジオルガノシロキサンと、1分子中に少なくとも2個以上のエステル結合を含有するジオルガノポリシロキサンからなる処理剤（特許文献6）による方法が、アミノ基を含有するポリシロキサン、末端水酸基ポリシロキサンと反応性基を含有するアルキルアルコキシシランからなる処理剤（特許文献7）による方法が開示されている。その他にも、エポキシ基を含有するオルガノポリシロキサン、アミノシラン化合物及び硬化用触媒からなる処理剤（特許文献8）による方法、1分子中に少なくとも2個のエポキシ基を含有するオルガノポリシロキサンと、ポリアクリルアミド樹脂からなる処理剤（特許文献9）による方法が開示されている。

## 【0010】

しかし、これらのシリコン含有繊維処理剤を付着した繊維は、滑り触感、櫛通り等の改善はなされるものの、シリコン系繊維処理剤自体が易燃性であるため、難燃性合成繊維の難燃性が著しく低下してしまうという問題がある。

【特許文献1】特公昭53-36079号公報

【特許文献2】特公昭53-197159号公報

【特許文献3】特公昭53-19716号公報

【特許文献4】特公昭53-98499号公報

【特許文献5】特公昭58-17310号公報

【特許文献6】特開昭55-152864号公報

【特許文献7】特開昭58-214585号公報

【特許文献8】特開昭59-144683号公報

【特許文献9】特開昭60-94680号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0011】

難燃性ポリエステル繊維、難燃性ポリプロピレン繊維、難燃性ポリアミド繊維等に滑り触感や風合いの改善等を目的としてシリコン系繊維処理剤で処理したときの様に難燃性の低下が起きず、シリコン系油剤で処理したときと同等の滑り触感、櫛通り性、帯電防止性を有し、難燃性の優れた難燃性人工毛髪繊維を提供する。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0012】

本発明者らは上記課題を達成すべく鋭意検討を重ねた結果、難燃剤を溶融混練して得られる難燃化ポリエステル繊維、難燃化ポリプロピレン繊維、難燃化ポリアミド繊維等に、親水性繊維処理剤を付着する事により滑り触感、櫛通り性、帯電防止性、難燃性の優れた難燃性人工毛髪繊維が得られることを見出した。すなわち本発明は、主成分の熱可塑性樹脂（A）100重量部に対し、（B）成分である難燃剤2～30重量部を溶融混練して得られる繊維に、脂肪族ポリエーテル化合物を主成分とする親水性繊維処理剤（C）を付着してなる人工毛髪繊維であり、（A）は、ポリアルキレンテレフタレート、ポリオレフィン、ポリアミドよりなる群から選択される少なくとも一種であり、（B）は、脂環式臭素化合物、芳香族臭素化合物、臭素化ジフェニルエーテル類、臭素化フェノール類またはその誘導体、臭素化エポキシ類、臭素化イミド化合物、含臭素化合物のオリゴマー、臭素化ポリスチレン、臭素化ポリフェニレンオキシド、ポリ（ペンタプロモベンジル）アクリレート、ホスフェート系化合物、ホスフォネート系化合物、ホスファイト系化合物、ホスホ

ナイト系化合物、ホスフィン系化合物および縮合リン酸エステル系化合物よりなる群から選択される少なくとも一種である。

#### 【0013】

また、親水性繊維処理剤 (C) は、ポリエーテル系化合物、脂肪酸エステル系化合物、有機アミン、有機アミド、有機脂肪酸エステル、有機アミン塩、有機アンモニウム塩、有機ピリジウム塩、有機アンモニウム塩、有機ピリジニウム塩、有機ピコリニウム塩、有機脂肪酸塩、ロジン酸塩、有機スルホン酸塩、有機コハク酸エステル塩、有機コハク酸モノエステル塩、有機カルボン酸塩、有機硫酸エステル塩よりなる群から選択される少なくとも一種、あるいは二種以上を混合したものであり、特に、ポリエチレンオキサイドーポリプロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル (分子量MW15000~50000)、ポリエチレンオキサイド (分子量100~1000)、ポリプロピレンオキサイド (分子量100~1000) よりなる群から選択される少なくとも一種である事が好ましい。

#### 【発明の効果】

#### 【0014】

本発明によると、ポリエステル繊維、ポリプロピレン繊維、ポリアミド繊維による滑り触感、櫛通り性、帯電防止性の優れた人工毛髪繊維、難燃性ポリエステル繊維、難燃性ポリプロピレン繊維、難燃性ポリアミド繊維による、滑り触感、櫛通り性、帯電防止性、難燃性の優れた難燃性人工毛髪繊維が得られる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0015】

本発明は、熱可塑性樹脂 (A) からなる繊維に、脂肪族ポリエーテル化合物を主成分とする親水性繊維処理剤を付着してなる人工毛髪繊維、主成分の熱可塑性樹脂 (A) 100重量部に対し、(B) 成分である難燃剤 2~30重量部を溶融混練して得られる繊維に、脂肪族ポリエーテル化合物を主成分とする親水性繊維処理剤 (C) を付着してなる人工毛髪繊維である。

#### 【0016】

本発明に用いられる熱可塑性樹脂 (A) は特に限定はなく、10~100 d t e x の人工毛髪繊維を紡糸を行うのに適する樹脂であればよい。熱可塑性樹脂 (A) に含まれるポリアルキレンテレフタレート、ポリオレフィン、ポリアミドはたとえばポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、6-ナイロン、6, 6-ナイロンなどであり、それぞれが単独構成のポリマーである必要はなく、ブレンドポリマーや共重合ポリマーであっても良い。本発明に用いられる難燃剤 (B) には特に限定はなく、一般的に用いられているリン含有難燃剤、ハロゲン含有難燃剤であれば使用することができる。リン含有難燃剤の具体例としては、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリ (2-エチルヘキシル) ホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート、トリス (イソプロピルフェニル) ホスフェート、トリス (フェニルフェニル) ホスフェート、トリネフチルホスフェート、クレジルフェニルホスフェート、キシレニルジフェニルホスフェート、トリフェニルホスフィンオキサイド、トリクレジルホスフィンオキサイド、メタンホスホン酸ジフェニル、フェニルホスホン酸ジエチルなどのほか、レゾルシノールポリフェニルホスフェート、レゾルシノールポリ (ジ-2, 6-キシリル) ホスフェート、ビスフェノール A ポリクレジルホスフェート、ハイドロキノンポリ (2, 6-キシリル) ホスフェート、ジエチル-N, N-ビス (2-ヒドロキシエチル) アミノメチルホスホネート、2-メタクリロイルオキシエチルアシッドホスフェート、ジフェニル-2-メタクリロイルオキシエチルホスフェート、トリス (3-ヒドロキシプロピル) ホスフィン、トリス (4-ヒドロキシブチル) ホスフィン、トリス (3-ヒドロキシプロピル) ホスフィンオキシド、トリス (3-ヒドロキシブチル) ホスフィンオキシド、3- (ヒドロキシフェニルホスフィノイル) プロピオン酸などが挙げられ、ハロゲン含有難燃剤の具体例としては、ペンタプロモトルエン、ヘキサブ

ロモベンゼン、デカブロモジフェニル、デカブロモジフェニルエーテル、ビス(トリプロモフェノキシ)エタン、テトラプロモ無水フタル酸、エチレンビス(テトラプロモフタルイミド)、エチレンビス(ペンタプロモフェニル)、オクタプロモトリメチルフェニルインダン、トリス(トリプロモネオペンチル)ホスフェートなどの臭素含有リン酸エステル類、臭素化ポリスチレン類、臭素化ポリベンジルアクリレート類、臭素化エポキシオリゴマー類、臭素化ポリカーボネートオリゴマー類、テトラプロモビスフェノールA、テトラプロモビスフェノールA-ビス(2, 3-ジプロモプロピルエーテル)、テトラプロモビスフェノールA-ビス(アリルエーテル)、テトラプロモビスフェノールA誘導体、トリス(トリプロモフェノキシ)トリアジンなどの臭素含有トリアジン系化合物、トリス(2, 3-ジプロモプロピル)イソシアヌレートなどの臭素含有イソシアヌル酸系化合物などが挙げられる。これらの難燃剤(B)は熱可塑性樹脂(A)100重量部に対して、難燃性を付与するために3~30重量部が好ましく、3~25重量部がより好ましく、4~20重量部がさらに好ましい。使用量が2重量部より少ないと難燃効果が得られ難くなり、30重量部より多いと機械的特性、耐熱性、耐ドリップ性が損なわれる。

#### 【0017】

本発明に用いられる親水性繊維処理剤(C)には特に限定はなく、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル、ポリオキシアルキレンアリールエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルアリールエーテル、これらのランダム共重合ポリエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエステル、ポリオキシアルキレンアルケニルエステル、ポリオキシアルキレンアルキルアリールエステルよりなる群から選択される少なくとも一種と、ポリオキシアルキレンアルキルアミン、N, N-ジヒドロキシエチルアルキルアミド、ポリオキシアルキレンアルキルアミド、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンペンタエリスリトールアルキルエステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレン、アルキルアミン塩、アルキルアンモニウム塩、アルキルアララルキルアンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、アルキルピコリニウム塩、脂肪酸塩、ロジン酸塩、硫酸化脂肪酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルスルホ脂肪酸エステル塩、ジアルキルスルホコハク酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルスルホコハク酸モノエステル塩、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテルスルホコハク酸モノエステル塩、ポリオキシアルキレンアリールエーテルスルホコハク酸モノエステル塩、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩、硫酸化油、硫酸化脂肪酸エステル塩、アルキル硫酸エステル塩、アルケニル硫酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルカルボン酸塩、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアリールエーテル硫酸エステル塩、アルキルリン酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルリン酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテルリン酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアリールエーテルリン酸エステル塩など、一般的に用いられているエーテル含有繊維処理剤、および一般的に用いられているエーテル含有繊維処理剤と一般的に用いられているイオン性界面活性剤の混合物であればよいが、シリコン成分を主体となる構成分子中に含むと難燃性が著しく低下する為、シリコン成分を含有した化合物を含んではいけない。親水性繊維処理剤(C)は滑り触感、撥油性、帯電防止性等を付与するために、繊維に対し重量比で合計0.01%~1%になるように付着させるのがよい。親水性繊維処理剤(C)の添加量が0.01%以下であると充分なくし通り性が得られず滑り触感も不足する。反対に1%以上であるとトウフィラメントを触ったときに油剤が手に付着し、手がベタつく事や、油剤自体は多少なりとも易燃性であるため繊維の難燃性低下を起こすおそれがあり好ましくない。滑り触感、撥油性が優れ、充分な帯電防止性を発現させるためには、エチレンオキサイド-プロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテ

ル：カチオン性界面活性剤＝50：50の組み合わせが最もよいが、本発明はこの組み合わせに限定させるものではない。繊維への付着方法は延伸、熱処理に続く連続処理で行っても、バッチ処理で行ってもよい。

#### 【0018】

繊維断面の形状は、少ない油剤添付量で良好な滑り触感、櫛通り性等が付与できるという点で、2つ以上の円に近い突起を持つような断面形状（例えばメガネ断面、クローバー断面、四つ葉のクローバー断面等）であることが好ましい。

#### 【実施例】

#### 【0019】

つぎに、本発明を実施例に基づいてさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 【0020】

なお、特性値の測定法は、以下のとおりである。

#### （難燃性）

総繊度4.7万dtexのフィラメントを150mmの長さに切り、一方の端をクランプで挟んでスタンドに固定して垂直に垂らす。有効長120mm（クリップより下）に固定したフィラメントに20mmの炎を3秒間接炎させ、燃焼させる。燃焼性は、残炎時間が0秒（着火しない）を◎、3秒未満を○、3～10を△、10秒以上を×とし、また、耐ドリップ性は、ドリップ数が0を◎、5以下を○、6～10を△、11以上を×として評価する。

#### （くし通り）

長さ30cm、総繊度10万dtexのトウフィラメントの最上部を片手に持って垂直に垂らし、くし（NEW DELRIN COMB No. 826）を0.3m/sの速さでトウフィラメントの上部3cmの所から下へ、完全に30回以上通過させ、くしの通り易さを評価する。

#### 【0021】

○：ほとんど抵抗ない（軽い）

△：若干抵抗がある（重い）

×：かなり抵抗がある、または、完全に通過させることが出来ず途中で引っかかる

#### （滑り触感）

長さ30cm、総繊度10万dtexのトウフィラメントを手で触り、フィラメント表面のベタツキ感、滑り触感を評価する。

#### 【0022】

○：ベタツキ感がなく、程良い滑り触感である

△：若干ベタツキ感があり、滑り触感はやや不足である

×：ベタツキ感、キシミ感があり、滑り触感が不足である

#### （帯電防止性）

長さ30cm、総繊度10万dtexのトウフィラメントに、室温25℃、湿度40%の恒温恒湿室に24時間放置した後に、同室にて、トウフィラメントの最上部を片手に持って垂直に垂らし、くし（NEW DELRIN COMB No. 826）を0.3m/sの速さでトウフィラメントの上部3cmの所から下へ、完全に30回以上通過させたときのトウフィラメントの状態を観察する。

#### 【0023】

○：変化なし（静電気で広がらない）

△：静電気で1～50本が外側にはねる

×：静電気で全体的に広がる

#### （製造例1）

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート100重量部に対し、リン酸エステル系難燃剤PX-200 10重量部に、着色用ポリエステルペレットPE SM6100 BLACK（大日精化工業（株）製、カーボンブラック含有量30%、ポ



リエステルは (A) 成分に含まれる) 2部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で熔融混練し、ペレット化したのちに、水分量100ppm以下に乾燥させた。ついで、熔融紡糸機を用いて280℃でノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下30mmの位置に設置した水温50℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を80℃の温水浴中で延伸を行ない、4倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維繊度が50dte x前後のポリエステル系繊維 (マルチフィラメント) を得た。

(製造例2)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート100重量部に対し、臭素化リン酸エステル系難燃剤 CR-900 6重量部に、着色用ポリエステルペレット P E S M 6 1 0 0 B L A C K (大日精化工業 (株) 製、カーボンブラック含有量30%、ポリエステルは (A) 成分に含まれる) 2部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で熔融混練し、ペレット化したのちに、水分量100ppm以下に乾燥させた。ついで、熔融紡糸機を用いて280℃でノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下30mmの位置に設置した水温50℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を80℃の温水浴中で延伸を行ない、4倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維繊度が50dte x前後のポリエステル系繊維 (マルチフィラメント) を得た。

(製造例3)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート100重量部に対し、臭素化エポキシ系難燃剤 S R - T 2 0 0 0 0 15重量部に、着色用ポリエステルペレット P E S M 6 1 0 0 B L A C K (大日精化工業 (株) 製、カーボンブラック含有量30%、ポリエステルは (A) 成分に含まれる) 2部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で熔融混練し、ペレット化したのちに、水分量100ppm以下に乾燥させた。ついで、熔融紡糸機を用いて280℃でノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下30mmの位置に設置した水温50℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を80℃の温水浴中で延伸を行ない、4倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維繊度が50dte x前後のポリエステル系繊維 (マルチフィラメント) を得た。

(製造例4)

ポリプロピレン100重量部に対し、リン酸エステル系難燃剤 P X - 2 0 0 10重量部をドライブレンドし、二軸押出機に供給し、170℃で熔融混練し、ペレット化した。ついで、熔融紡糸機を用いて170℃でノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下30mmの位置に設置した水温30℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を80℃の温水浴中で延伸を行ない、4倍延伸糸とし、140℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維繊度が50dte x前後のポリプロピレン系繊維 (マルチフィラメント) を得た。

(製造例5)

水分量100ppm以下に乾燥した6,6-ナイロン100重量部に対し、臭素化エポキシ系難燃剤 S R - T 2 0 0 0 0 15重量部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で熔融混練し、ペレット化したのちに、水分量100ppm以下に乾燥させた。ついで、熔融紡糸機を用いて280℃でノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下30mmの位置に設置した水温30℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を60℃の温水浴中で延伸を行ない、4倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維繊度が50dte

x 前後のナイロン系繊維（マルチフィラメント）を得た。

（製造例 6）

水分量 100 ppm 以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート 100 重量部に対し、臭素化エポキシ系難燃剤 SR-T20000 15 重量部に、着色用ポリエステルペレット PESM6100 BLACK（大日精化工業（株）製、カーボンブラック含有量 30 %、ポリエステルは（A）成分に含まれる）2 部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で熔融混練し、ペレット化したのちに、水分量 100 ppm 以下に乾燥させた。ついで、熔融紡糸機を用いて 280℃でメガネ断面ノズル（直径 0.3 mm の円が 2 つ隣接した）を有する紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下 30 mm の位置に設置した水温 50℃の水浴中で冷却し、100 m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を 80℃の温水浴中で延伸を行ない、4 倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100 m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維織度が 50 d t e x 前後のポリエステル系繊維（マルチフィラメント）を得た。

（製造例 7）

水分量 100 ppm 以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート 100 重量部に対し、着色用ポリエステルペレット PESM6100 BLACK（大日精化工業（株）製、カーボンブラック含有量 30 %、ポリエステルは（A）成分に含まれる）2 部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で熔融混練し、ペレット化したのちに、水分量 100 ppm 以下に乾燥させた。ついで、熔融紡糸機を用いて 280℃でノズル径 0.5 mm の丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下 30 mm の位置に設置した水温 50℃の水浴中で冷却し、100 m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を 80℃の温水浴中で延伸を行ない、4 倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100 m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維織度が 50 d t e x 前後のポリエステル系繊維（マルチフィラメント）を得た。

（実施例 1～15）

（表 1 および表 2）に示すように（製造例 1）～（製造例 5）、（製造例 7）で得られた繊維に親水性繊維処理剤である KWC-Q（エチオキサイドープロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル；丸菱油化工業（株）製）／KRE-103（カチオン性界面活性剤；松本油脂製薬（株）製）＝0.20/0.20 % o m f となるように、それぞれの純分を 0.80 % 含む水溶液を調製し、総織度 10 万 d t e x のトウフィラメントに、トウ重量に対して含液率 25 % になるように溶液を付着させ、熱風乾燥機で 120℃×10 min. 乾燥させた。同様に、KWC-Q（エチオキサイドープロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル；丸菱油化工業（株）製）／KRE-102（アニオン性界面活性剤；松本油脂製薬（株）製）＝0.25/0.20 % o m f となるように付着させた繊維、親水性繊維処理剤である KRE-15（エチオキサイドープロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル、Mw＝20000；松本油脂製薬（株）製）／KRE-16（ポリプロピレンオキサイド、Mw＝400；松本油脂製薬（株）製）／KRE-17（ポリプロピレンオキサイド、Mw＝700；松本油脂製薬（株）製）＝0.20/0.14/0.06 % o m f となるように付着させた繊維を作成し、それぞれについて難燃性、櫛通り、滑り触感、帯電防止性について評価を加えた。

（実施例 16～18）

（表 2）に示すように（製造例 6）で得られた繊維に親水性繊維処理剤である KWC-Q（エチオキサイドープロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル；丸菱油化工業（株）製）／KRE-103（カチオン性界面活性剤；松本油脂製薬（株）製）＝0.04/0.04 % o m f となるように、それぞれの純分を 0.17 % 含む水溶液を調製し、総織度 10 万 d t e x のトウフィラメントに、トウ重量に対して含液率 25 % になるように溶液を付着させ、熱風乾燥機で 120℃×10 min. 乾燥させた。同様に、KWC-Q（エチオキサイドープロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル；丸菱油化工業（株）製）／KRE-102（アニオン性界面活性剤；松本油脂製薬（株）製）

=0.05/0.05%omfとなるように付着させた繊維、親水性繊維処理剤であるKRE-15（エチオキサイドープロピレンオキサイドのランダム共重合ポリエーテル、 $M_w=20000$ ；松本油脂製薬（株）製）/KRE-16（ポリプロピレンオキサイド、 $M_w=400$ ；松本油脂製薬（株）製）/KRE-17（ポリプロピレンオキサイド、 $M_w=700$ ；松本油脂製薬（株）製）=0.05/0.03/0.01%omfとなるように付着させた繊維を作成し、それぞれについて難燃性、櫛通り、滑り触感、帯電防止性について評価を加えた。

【0024】

【表 1】

|        |                                    | 実施例     |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|--------|------------------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
|        |                                    | 1       | 2       | 3       | 4       | 5       | 6       | 7       | 8       | 9       | 10      |
| (A) 成分 | EFG-85A <sup>*1</sup>              | 100     | 100     | 100     | 100     | 100     | 100     | 100     | 100     | 100     |         |
|        | ノバテックPP <sup>*2</sup>              |         |         |         |         |         |         |         |         |         | 100     |
|        | マラニールナイロン6<br>6 A226 <sup>*3</sup> |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|        | PX-200 <sup>*4</sup>               | 10      | 10      | 10      |         |         |         |         |         |         | 10      |
| (B) 成分 | CR-900 <sup>*5</sup>               |         |         |         | 6       | 6       | 6       |         |         |         |         |
|        | SR-T2000 <sup>*6</sup>             |         |         |         |         |         |         | 15      | 15      | 15      |         |
|        | KWC-Q <sup>*7</sup>                | 0.20%mf | 0.25%mf |         | 0.20%mf | 0.25%mf |         | 0.20%mf | 0.25%mf |         | 0.20%mf |
| (C) 成分 | KWC-B <sup>*8</sup>                |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|        | KRE-103 <sup>*9</sup>              | 0.20%mf |         |         | 0.20%mf |         |         | 0.20%mf |         |         | 0.20%mf |
|        | KRE-102 <sup>*10</sup>             |         | 0.20%mf |         |         | 0.20%mf |         |         | 0.20%mf |         |         |
|        | KRE-15 <sup>*11</sup>              |         |         | 0.20%mf |         |         | 0.20%mf |         |         | 0.20%mf |         |
|        | KRE-16 <sup>*12</sup>              |         |         | 0.14%mf |         |         | 0.14%mf |         |         | 0.14%mf |         |
|        | KRE-17 <sup>*13</sup>              |         |         | 0.06%mf |         |         | 0.06%mf |         |         | 0.06%mf |         |
|        |                                    |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |

【0025】

【表 2】

|       |                                   | 実施例      |          |          |          |          |          |          |          |
|-------|-----------------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
|       |                                   | 11       | 12       | 13       | 14       | 15       | 16       | 17       | 18       |
| (A)成分 | EFG-85A* <sup>1</sup>             |          |          |          |          |          |          |          |          |
|       | ノバテックPP* <sup>2</sup>             | 100      | 100      |          |          |          |          |          |          |
|       | マラニールナイロン66<br>A226* <sup>3</sup> |          |          | 100      | 100      | 100      | 100      | 100      | 100      |
| (B)成分 | PX-200* <sup>4</sup>              | 10       | 10       |          |          |          |          |          |          |
|       | CR-900* <sup>5</sup>              |          |          |          |          |          |          |          |          |
|       | SR-T20000* <sup>6</sup>           |          |          | 15       | 15       | 15       | 15       | 15       | 15       |
| (C)成分 | KWC-Q* <sup>7</sup>               | 0.25%omf |          | 0.20%omf | 0.25%omf |          | 0.04%omf | 0.05%omf |          |
|       | KWC-B* <sup>8</sup>               |          |          |          |          |          |          |          |          |
|       | KRE-103* <sup>9</sup>             |          |          | 0.20%omf |          |          | 0.04%omf |          |          |
|       | KRE-102* <sup>10</sup>            | 0.20%omf |          |          | 0.20%omf |          |          | 0.05%omf |          |
|       | KRE-15* <sup>11</sup>             |          | 0.20%omf |          |          | 0.20%omf |          |          | 0.05%omf |
|       | KRE-16* <sup>12</sup>             |          | 0.14%omf |          |          | 0.14%omf |          |          | 0.03%omf |
|       | KRE-17* <sup>13</sup>             |          | 0.06%omf |          |          | 0.06%omf |          |          | 0.01%omf |

\* 1 : ポリエチレンテレフタレート、カネボウ合繊 (株) 製

\* 2 : ノバテック PP、日本ポリケム (株) 製

\* 3 : マラニールナイロン66 A226、ユニチカ (株) 製

\* 4 : トリス(トリプロモネオペンチル)ホスフェート、大八化学工業 (株) 製

\* 5 : 臭素化リン酸エステル系難燃剤、大八化学工業 (株) 製

\* 6 : 臭素化エポキシ系難燃剤、阪本薬品工業 (株) 製

\*7: エチレンオキサイド-プロピレンオキサイド共重合ランダムポリエーテル、丸菱油  
化工業(株)製

\*8: アミノ変性シリコン、丸菱油化工業(株)製

\*9: カチオン系(4級アンモニウム塩)界面活性剤、松本油脂製薬(株)製

\*10: アニオン系(アルキルサルフェート)界面活性剤、松本油脂製薬(株)製

\*11: エチレンオキサイド-プロピレンオキサイド共重合ランダムポリエーテル、松本  
油脂製薬(株)

\*12: ポリプロピレングリコール(分子量400)、松本油脂製薬(株)

\*13: ポリプロピレングリコール(分子量700)、松本油脂製薬(株)

(比較例1~10)

(表3)に示すように(製造例1)~(製造例5)、(製造例7)で得られた繊維に、  
シリコン系処理剤であるKWC-B(アミノ変性シリコン繊維処理剤;丸菱油化工業  
(株)製)/KRE-103(カチオン性界面活性剤;松本油脂製薬(株)製)=0.1  
5/0.15%omfとなるように付着させた繊維を作成し、それぞれについて難燃性、  
櫛通り、滑り触感、帯電防止性について評価を加えた。同様に、(製造例6)で得られた  
繊維に、KWC-B/KRE-103=0.05/0.05%omfとなるように付着さ  
せた繊維を作成し、難燃性、櫛通り、滑り触感、帯電防止性について評価を加えた。また  
、(製造例7)で得られた繊維にKWC-Q/KRE-103=0.20/0.20%  
omfとなるように付着させた繊維、KWC-Q/KRE-102=0.25/0.20%  
omfとなるように付着させた繊維、KRE-15/KRE-16/KRE-17=0.  
20/0.14/0.06%omfとなるように付着させた繊維を作成し、それぞれにつ  
いて難燃性、櫛通り、滑り触感、帯電防止性について評価を加えた。

【0026】

【表 3】

|                       | 比較例      |          |          |          |          |          |          |          |          |          |
|-----------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
|                       | 1        | 2        | 3        | 4        | 5        | 6        | 7        | 8        | 9        | 10       |
| EFG-85A*1             | 100      | 100      | 100      |          |          | 100      | 100      | 100      | 100      | 100      |
| ノバテックPP*2             |          |          |          | 100      |          |          |          |          |          |          |
| マラニールナイロン66<br>A226*3 |          |          |          |          | 100      |          |          |          |          |          |
| PX-200*4              | 10       |          |          | 10       |          |          |          |          |          |          |
| CR-900*5              |          | 6        |          |          |          |          |          |          |          |          |
| SR-T20000*6           |          |          | 15       |          | 15       |          | 15       |          |          |          |
| KWC-Q*7               |          |          |          |          |          |          |          | 0.20%omf | 0.25%omf |          |
| KWC-B*8               | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.05%omf |          |          |          |
| KRE-103*9             | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.15%omf | 0.05%omf | 0.20%omf |          |          |
| KRE-102*10            |          |          |          |          |          |          |          |          | 0.20%omf |          |
| KRE-15*11             |          |          |          |          |          |          |          |          |          | 0.20%omf |
| KRE-16*12             |          |          |          |          |          |          |          |          |          | 0.14%omf |
| KRE-17*13             |          |          |          |          |          |          |          |          |          | 0.06%omf |

表4に示すように、シリコーン系油剤を付着した繊維に対し、同等の滑り触感、くし通り性、帯電防止性を有し、難燃性が優れていることが確認された。従って今回の親水性繊維処理剤を使用した人工毛髪繊維は、一般的に滑り触感が優れるとされるシリコーン系繊維

維処理剤を付着処理した人工毛髪繊維に比べ、同等の滑り触感、くし通り性、帯電防止性を有し、難燃性が優れた難燃性人工毛髪繊維を得ることが可能となることを確認した。

【0027】



【表 4】

| 実施例       |     |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    | 比較例 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
|-----------|-----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|-----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
|           | 1   | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 9  | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18  | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 9  | 10 |
| 織度 (dtex) | 50  | 50 | 50 | 51 | 51 | 51 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 52 | 52 | 52 | 50 | 50 | 50  | 50 | 51 | 50 | 50 | 52 | 51 | 50 | 51 | 51 | 51 |
| 滑り触感      | ○   | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ◎  | ◎  | ○  | ○  | ○  | ◎  | ◎  | ◎  | ○  | ◎  | ◎  | ○   | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ○  | ○  | ○  |
| くし通り      | ○   | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ◎  | ◎  | ○   | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ◎  | ○  | ○  | ○  |
| 帯電防止性     | ○   | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○   | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  |
| 難燃性       | ○   | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ◎  | ◎  | ◎  | ○  | ○  | ○  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎   | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  |    |
|           | 燃焼性 | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎  | ◎   | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  | ×  |    |
| 耐ドリップ性    | △   | △  | △  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | △  | △  | △  | △  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○  | ○   | ×  | ×  | △  | ×  | △  | ×  | △  | ×  | ×  |    |

**【書類名】 要約書****【要約】**

**【課題】** 難燃性ポリエステル繊維、難燃性ポリプロピレン繊維、難燃性ポリアミド繊維等に滑り触感や風合いの改善等を目的としてシリコン系繊維処理剤で処理したときの様に難燃性の低下が起きず、シリコン系油剤で処理したときと同等の滑り触感、櫛通り性、帯電防止性を有し、難燃性の優れた難燃性人工毛髪繊維を提供する。

**【解決手段】** 本発明者らは上記課題を達成すべく鋭意検討を重ねた結果、難燃剤を溶融混練して得られる難燃化ポリエステル繊維、難燃化ポリプロピレン繊維、難燃化ポリアミド繊維等に、親水性繊維処理剤を付着する事により滑り触感、櫛通り性、帯電防止性、難燃性の優れた難燃性人工毛髪繊維が得られる。

**【選択図】** なし

特願 2 0 0 3 - 4 0 8 3 2 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 0 9 4 1 ]

1. 変更年月日  
[変更理由]

住 所  
氏 名

1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

新規登録

大阪府大阪市北区中之島 3 丁目 2 番 4 号  
鐘淵化学工業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**